



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2000/05/29
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2000/12/14
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2001/12/04
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2000/001451
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2000/075073
(30) Priorité/Priority: 1999/06/04 (99/07231) FR

(51) Cl.Int.⁷/Int.Cl.⁷ C01F 7/06, C02F 5/02

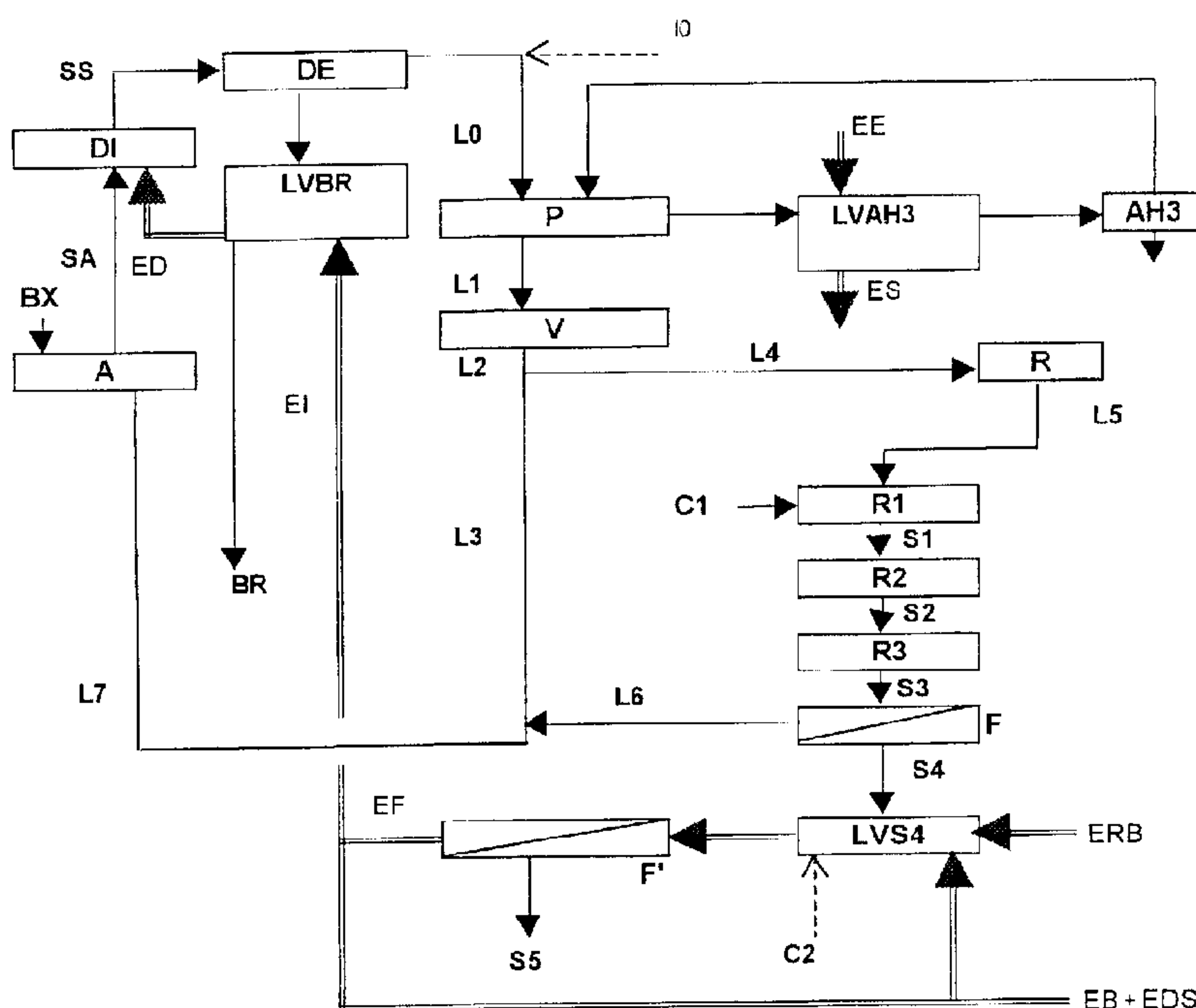
(71) Demandeur/Applicant:
ALUMINIUM PECHINEY, FR

(72) Inventeurs/Inventors:
CLERIN, PHILIPPE, FR;
CRISTOL, BENOIT, FR

(74) Agent: OGILVY RENAULT

(54) Titre : PROCEDE D'EPURATION DES LIQUEURS D'ALUMINATE DE SODIUM CONTENANT DE L'OXALATE DE SODIUM PERMETTANT DE VALORISER LES RESIDUS

(54) Title: METHOD FOR PURIFYING SODIUM ALUMINATE LIQUORS CONTAINING SODIUM OXALATE AND ENHANCING RESIDUES



(57) Abrégé/Abstract:

Procédé d'élimination de l'oxalate de sodium dans au moins une fraction (L4) de la liqueur d'aluminate Bayer décomposée (L2) prélevée après concentration (V) dans un cycle Bayer de production d'alumine, comportant la précipitation de l'oxalate dissous au moyen d'un agent de destabilisation à base de chaux (C1) finement divisée puis la séparation (F) des résidus solides de désoxalatation (S4) de la liqueur (L6) recyclée comme liqueur alcaline d'attaque de la bauxite où les résidus de désoxalatation (S4) sont employés pour décarbonater et désoxalater les eaux industrielles. Le procédé devient particulièrement avantageux quand ces eaux industrielles sont des eaux brutes ou des eaux provenant d'une installation Bayer et sont dirigées après traitement vers la chaîne de lavage des résidus insolubles de la chaîne Bayer.



(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
14 décembre 2000 (14.12.2000)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 00/75073 A1(51) Classification internationale des brevets⁷: C01F 7/06,
C02F 5/02

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*): CLERIN,
Philippe [FR/FR]; 768, chemin les Plaines, F-13119 Saint
Savournin (FR). CRISTOL, Benoît [FR/FR]; 8, rue Bussy
l'Indien, F-13006 Marseille (FR).(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/01451

(22) Date de dépôt international: 29 mai 2000 (29.05.2000)

(74) Mandataire: FENOT, Dominique; Pechiney, 217, cours
Lafayette, F-69451 Lyon Cedex 06 (FR).

(25) Langue de dépôt: français

(81) États désignés (*national*): AU, BR, CA, HU, IN, US, VN.

(26) Langue de publication: français

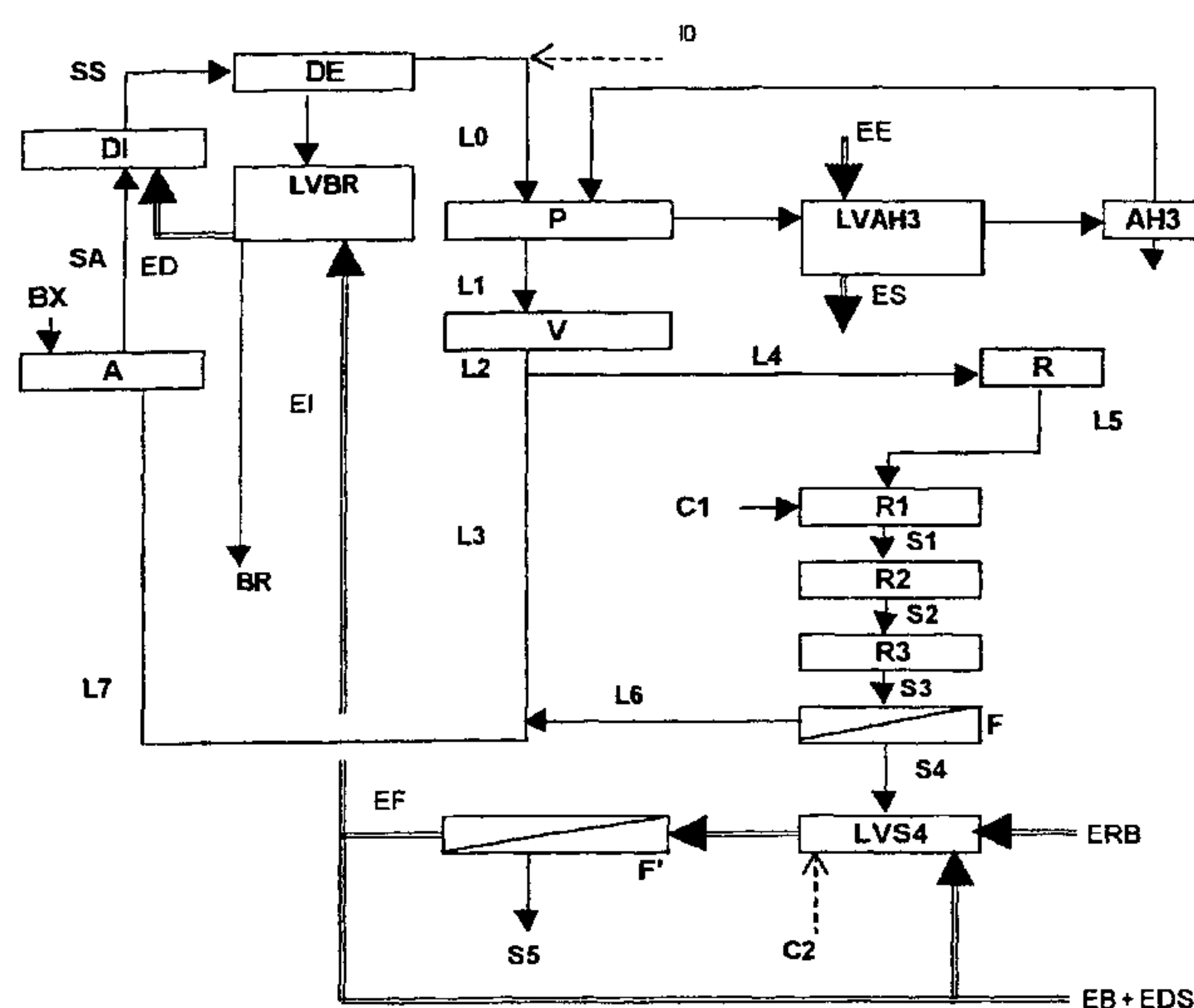
(84) États désignés (*régional*): brevet européen (AT, BE, CH,
CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,
SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).(30) Données relatives à la priorité:
99/07231 4 juin 1999 (04.06.1999) FR

Publiée:

— Avec rapport de recherche internationale.

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*): ALU-
MINIUM PECHINEY [FR/FR]; 7, place du Chancelier
Adenauer, F-75218 Paris Cedex 16 (FR).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR PURIFYING SODIUM ALUMINATE LIQUORS CONTAINING SODIUM OXALATE AND EN-
HANCING RESIDUES(54) Titre: PROCEDE D'EPURATION DES LIQUEURS D'ALUMINATE DE SODIUM CONTENANT DE L'OXALATE DE
SODIUM PERMETTANT DE VALORISER LES RESIDUS

(57) Abstract: A method for eliminating sodium oxalate from at least one fraction (L4) of decomposed Bayer aluminate liquor (L2) obtained after concentration (V) in a Bayer alumina production cycle, comprising the precipitation of said oxalate which is dissolved by means of a finely divided lime-based (C1) destabilizing agent followed by separation (F) of the solid residues from the deoxalation (S4) of the liquor (L6) which is recycled as an alkaline leaching liquor for bauxite whereby desolation residues (S4) are used to decarbonate and deoxalate industrial water. The method is particularly advantageous when said industrial water is raw water or water from a Bayer plant and said water is redirected towards the washing cycle for insoluble residues from the Bayer cycle once treatment has occurred.

[Suite sur la page suivante]



WO 00/75073 A1

WO 00/75073 A1

- Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.
- En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) Abrégé: Procédé d'élimination de l'oxalate de sodium dans au moins une fraction (L4) de la liqueur d'aluminate Bayer décomposée (L2) prélevée après concentration (V) dans un cycle Bayer de production d'alumine, comportant la précipitation de l'oxalate dissous au moyen d'un agent de destabilisation à base de chaux (C1) finement divisée puis la séparation (F) des résidus solides de désoxalatation (S4) de la liqueur (L6) recyclée comme liqueur alcaline d'attaque de la bauxite où les résidus de désoxalatation (S4) sont employés pour décarbonater et désoxalater les eaux industrielles. Le procédé devient particulièrement avantageux quand ces eaux industrielles sont des eaux brutes ou des eaux provenant d'une installation Bayer et sont dirigées après traitement vers la chaîne de lavage des résidus insolubles de la chaîne Bayer.

PROCEDE D'EPURATION DES LIQUEURS D'ALUMINATE DE SODIUM CONTENANT DE L'OXALATE DE SODIUM PERMETTANT DE VALORISER LES RESIDUS

5 DOMAINE TECHNIQUE

L'invention concerne un procédé d'épuration des liqueurs d'aluminate de sodium résultant de l'attaque alcaline des bauxites selon le procédé Bayer et contenant de l'oxalate de sodium.

10

ETAT DE LA TECHNIQUE

On connaît par EP 0 555 163 un procédé de désoxalatation particulièrement efficace qui préconise l'emploi d'un matériau solide, finement divisé et bon marché - la chaux - servant d'amorce à la précipitation de l'oxalate de sodium dans la liqueur d'aluminate décomposée concentrée. En fait, l'oxalate de sodium ne précipite pas directement sur les fines particules de chaux mais sur les produits solides issus de la réaction entre la chaux et la liqueur d'aluminate appartenant à la famille de l'aluminate tricalcique hexahydraté: $Al_2O_3, 3CaO, 6H_2O$. Nous regrouperons pour la suite de l'exposé l'ensemble de ces produits de réaction sous le vocable "AC3,6".

20

PROBLEME POSE

25

Ce procédé est utilisé dans de nombreuses installations industrielles et donne entière satisfaction pour la plupart des bauxites à traiter. Toutefois, il s'avère assez coûteux dans les installations de forte capacité traitant des bauxites à trihydrate ou mixtes notamment d'origine africaine ou indienne qui sont particulièrement riches en matières organiques, celles-ci étant dégradées au

30

- 2 -

cours de l'attaque alcaline en particulier sous la forme d'une grande quantité d'oxalate de sodium, ce qui nécessite la mise en œuvre de fréquentes opérations de désoxalatation. Il s'ensuit une grande consommation en chaux et une perte en soude et en alumine entraînées avec les résidus de
5 désoxalatation.

Pour diminuer la consommation en chaux et la perte en alumine et en soude, la demanderesse a cherché, dans WO 97/03924, à recycler l'agent de
10 déstabilisation, c'est-à-dire l'AC3,6 issu de la réaction de la chaux avec la liqueur d'aluminate et qui se présente sous forme de particules finement divisées: au lieu de jeter ces particules recouvertes de l'oxalate de sodium précipité, WO 97/03924 propose de les laver de façon à rediluer l'oxalate de sodium puis de réintroduire ces particules lavées en guise d'amorce de
15 désoxalatation, l'eau de lavage enrichie en oxalate de sodium étant par ailleurs évacuée. Mais la dilution doit être importante et l'implantation industrielle des chaînes de lavage et de filtration nécessitée par cette opération est trop coûteuse pour être facilement amortie par la seule diminution de consommation en chaux. Il n'y a en effet pas diminution de perte en soude et en alumine, l'imprégnation des résidus de désoxalatation partant
20 avec l'eau de lavage.

Le problème reste donc posé de disposer d'un procédé de désoxalatation de la liqueur d'aluminate peu coûteux, utilisant le moins d'agent déstabilisant possible et qui n'augmente pas les pertes en soude et en alumine.

25

OBJET DE L'INVENTION

La demanderesse a réussi à résoudre ce problème en perfectionnant son
30 procédé décrit dans EP 0 555 163, c'est-à-dire en utilisant les résidus de

- 3 -

désoxalatation par la chaux pour caustifier, c'est-à-dire décarbonater et désoxalater les eaux industrielles, par exemple les eaux utilisées pour la chaîne de lavage des résidus insolubles issus de l'attaque alcaline de la bauxite, appelés "résidus inertes".

5

La demanderesse a en effet constaté avec surprise que, lavés dans un milieu fortement dilué par les eaux provenant d'installations industrielles telles que les eaux de retour de bassin, les eaux brutes et les eaux distillées sodiques, lesdits résidus de désoxalatation - essentiellement de l'AC3,6 - permettent de
10 caustifier, c'est-à-dire de décarbonater et de désoxalater ces eaux qui peuvent ainsi être redirigées, directement après lavage par patouillage des résidus de désoxalatation, vers les installations industrielles, par exemple vers la chaîne de lavage des résidus inertes. De façon à ce que l'oxalate de sodium puisse se dissoudre, le lavage par patouillage des résidus de désoxalatation
15 doit se faire dans un milieu fortement dilué en soude: la teneur en Na₂O totale doit être limitée à 8 g/l et de préférence à 3 g/l.

Les produits solides résultant du patouillage sont évacués. Il s'agit de précipités de carbonate et d'oxalate de calcium. Le composé CaC₂O₄, H₂O a été
20 identifié par diffraction X. Ils ont une forme et une taille telles que la séparation liquide - solide peut être effectuée facilement par filtration, et même, en utilisant des adjuvants tels que des polyélectrolytes anioniques, par floculation et décantation.

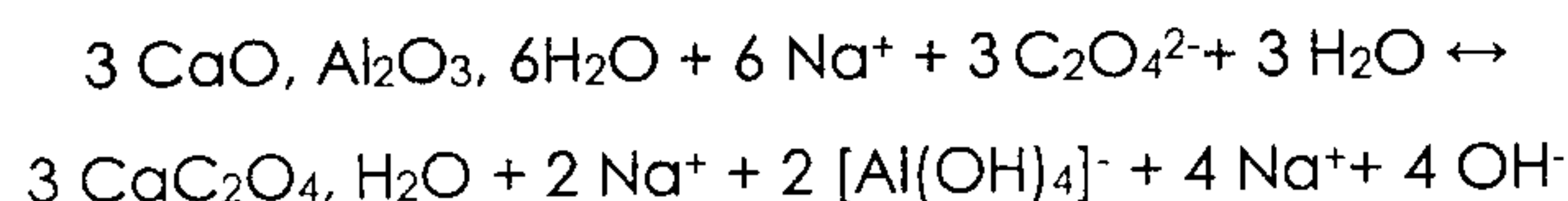
25 La demanderesse a donc découvert que l'aluminate tricalcique hexahydraté est capable de précipiter de l'oxalate de calcium dans des conditions de concentration des bassins à boues, avec des concentrations en soude limitées: moins de 10 g Na₂O/l. La cinétique de précipitation de l'oxalate de calcium diminuant sensiblement lorsque la concentration en soude augmente, il est
30 préférable de limiter cette concentration à 8 g Na₂O/l, l'efficacité optimale du

- 4 -

patouillage étant obtenue avec une concentration voisine de 3 g Na₂O/l. Cette faible concentration impose d'utiliser beaucoup d'eau ou de veiller à obtenir un taux d'imprégnation des résidus de désoxalatation le plus faible possible. De préférence, on visera un taux d'imprégnation de ces résidus inférieur ou égal à 50 %, qui peut être atteint aisément avec un filtre-presse. La cinétique de précipitation de l'oxalate de calcium diminuant lorsque la température augmente, on cherchera à effectuer ce patouillage dans le domaine de température 40 - 60 °C, de préférence au voisinage de 40°C.

10 Au cours du patouillage, l'ion oxalate C₂O₄²⁻ libéré réagit avec les composés de la famille de l'AC3,6 pour donner de l'oxalate de calcium CaC₂O₄, H₂O qui précipite, de l'aluminate de sodium et de l'hydroxyde de sodium. La désoxalatation se produisant au cours du patouillage peut être schématisée ainsi:

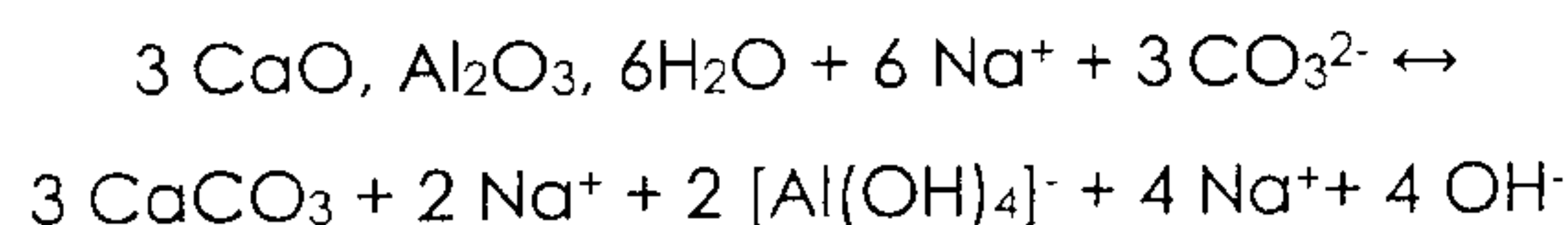
15



La réaction en fait est plus complexe en raison de la présence de matières humiques non entièrement transformées qui ont copécipité avec l'oxalate de sodium et repassent en solution au cours du patouillage.

D'autre part certaines eaux industrielles ne sont pas pures. Si elles sont carbonatées - c'est en général le cas avec les eaux de retour de bassin des installations de la chaîne Bayer qui sont riches en carbonate de sodium - l'effet du patouillage se traduit par la précipitation de carbonate de calcium de telle sorte que l'on obtient par la suite une eau décarbonatée qui peut être reconduite vers les installations industrielles d'autant plus avantageusement que celles-ci sont sensibles à l'entartrage des canalisations. La décarbonatation se produisant au cours du patouillage peut être schématisée ainsi:

- 5 -



5 L'ion carbonate CO_3^{2-} réagit avec les composés de la famille de l'AC3,6 pour donner du carbonate de calcium CaCO_3 qui précipite, de l'aluminate de sodium et de l'hydroxyde de sodium. Ainsi, la décarbonatation effectuée par patouillage avec les résidus de la désoxalatation par la chaux selon EP 0 555 163 permet de générer de la soude libre à partir de carbonate de
10 sodium, produit existant dans les eaux carbonatées ou pouvant être additionné à une eau brute, car il est moins coûteux que la soude. Si les eaux de retour de bassin sont particulièrement carbonatées, il peut se révéler nécessaire de faire un appoint de chaux dans le mélange avant ou au cours du patouillage.

15

Les eaux de retour de bassin peuvent être elles-mêmes oxalatées c'est souvent le cas avec les eaux de retour de bassin des installations de la chaîne Bayer - et ce traitement permet de les désoxalater avant de les diriger, par exemple, vers la chaîne de lavage des résidus de l'attaque alcaline.

20

Dans le mode de réalisation préféré du procédé selon l'invention, les eaux de patouillage des résidus de désoxalatation sont mélangées aux eaux entrantes dans la chaîne de lavage des résidus insolubles de l'attaque alcaline de la bauxite. Dans ce cas, l'alumine, la soude, les matières humiques, qui étaient
25 perdus auparavant avec l'évacuation des résidus de désoxalatation, ne sont plus perdues puisque ces eaux décarbonatées et désoxalatées sont réintroduites dans le cycle Bayer. De plus, de la soude soluble, générée autant par la désoxalatation que par la décarbonatation, est introduite par ce biais dans le circuit Bayer.

30

- 6 -

Dans la chaîne de lavage des résidus inertes, l'eau de lavage circule à contre-courant des résidus solides de l'attaque alcaline, qui passent dans une série de bacs appelés laveurs. Dans chacun de ces bacs, les particules solides tombent au fond par décantation et la sous-verse est pompée pour alimenter le bac
5 laveur suivant. En sens inverse, l'eau de lavage se concentre petit à petit en alumine et en soude, le clair de chaque laveur alimentant le laveur précédent. A la fin de cette chaîne circulant à contre-courant, le clair du premier laveur est utilisé pour diluer et refroidir la suspension d'aluminate de sodium du circuit Bayer résultant de l'attaque alcaline de la bauxite, ce qui favorise la séparation
10 de la liqueur d'aluminate des résidus insolubles - par exemple par décantation - et initie la décomposition de la liqueur d'aluminate, phénomène de précipitation complexe à cinétique lente.

En général, l'homme du métier effectue une opération de caustification du
15 clair de l'un des laveurs (le second par exemple) pour décarbonater l'eau de la chaîne de lavage: celle-ci, devant être introduite dans la liqueur d'aluminate, doit comporter le moins d'ions carbonates possible pour, entre autres, améliorer la productivité des liqueurs Bayer et éviter l'entartrage des canalisations constituant le circuit Bayer. Grâce à l'invention, l'utilisation dans la
20 chaîne de lavage d'eaux décarbonatées à la suite du patouillage avec les résidus de désoxalatation permet dans certains cas, notamment lorsqu'on utilise des eaux de retour de bassin, d'alléger la caustification effectuée sur le clair de l'un des laveurs de la chaîne de lavage.

25 Puisque l'alumine, la soude et les matières humiques ne sont pas évacuées avec les résidus de désoxalatation, puisque de la soude soluble est générée par le patouillage, l'eau totale entrant dans la chaîne de lavage, qui est le mélange de ces eaux traitées et du reste des eaux de lavage, est un peu plus concentrée en alumine et en soude. Du fait de cette plus forte concentration
30 à l'entrée de la chaîne de lavage, la perte en alumine et en soude entraînées

- 7 -

par l'évacuation des résidus inertes est un peu plus grande mais le bilan global est positif puisque la majeure partie, non évacuée, de l'alumine, de la soude et des matières humiques remonte à contre-courant du lavage des résidus inertes puis est versée dans la suspension d'aluminate issue de l'attaque dans le but de
5 diluer cette suspension avant décantation et décomposition.

Le retour de matières humiques dans le cycle Bayer est bénéfique puisqu'il régularise la concentration en matières humiques de la liqueur d'aluminate. La demanderesse a en effet constaté que les matières humiques présentes dans
10 la liqueur d'aluminate diminuent le risque de précipitation prématurée des oxalates au cours de la décomposition de la liqueur et qu'il est souhaitable de maintenir une concentration la plus régulière possible de ces matières humiques dans la liqueur d'aluminate.

15 En cas d'utilisation d'eaux de retour de bassin, le patouillage de ces eaux avec les résidus de désoxalatation par la chaux selon l'invention permet de réduire notablement la consommation de chaux utilisée dans la chaîne de lavage pour la décarbonatation du clair de laveur.

20 Les produits solides résultant du patouillage avec les résidus de désoxalatation sont facilement isolés des eaux redirigées vers les installations industrielles. Leur évacuation présente un avantage par rapport au procédé décrit dans EP 0 555 163 car on évacue ici des résidus constitués essentiellement de carbonate et d'oxalate de calcium, qui sont des produits chimiquement inertes
25 vis-à-vis de l'environnement.

- 8 -

MODES DE REALISATION DE L'INVENTION - EXEMPLES

La réalisation de l'invention sera mieux comprise à partir de la description des exemples qui suivent.

5

L'exemple 1, illustré en figure 1 et pris comme référence, est très voisin de l'exemple 3 de EP 0 555 163. L'exemple 2, illustré en figure 2, décrit le perfectionnement apporté selon la présente invention au procédé de désoxalatation de EP 0 555 163, dans lequel on utilise pour le patouillage des

10 eaux distillées sodiques issues de l'exploitation industrielle d'un circuit Bayer. L'exemple 3, également illustré en figure 2, décrit le perfectionnement apporté selon la présente invention au procédé de désoxalatation de EP 0 555 163, dans lequel on utilise pour le patouillage des eaux de retour de bassin fortement carbonatées d'une installation industrielle exploitant un circuit Bayer.

15

Dans les deux figures, les flux des eaux - de lavage ou de patouillage - sont représentés par des doubles traits.

20

EXEMPLES**Exemple 1 (référence de l'art antérieur)**

25

Selon la figure 1, la liqueur d'aluminate sursaturée L0, éventuellement additionnée d'un polyélectrolyte anionique I0 destiné à relever si nécessaire le seuil de sursaturation critique en oxalate, est décomposée (P). Après séparation du trihydroxyde d'aluminium précipité, la liqueur d'aluminate résultante, dite liqueur décomposée, L1 est concentrée par évaporation (V) de sorte que sa concentration en soude caustique soit comprise entre 170 et 250

30

g Na₂O/litre, de préférence entre 190 et 210 g Na₂O/litre.

- 9 -

Une fraction L4 est prélevée pour subir le traitement de désoxalatation puis, une fois traitée, la fraction L6 est mélangée à la fraction principale L3 pour former une liqueur L7 d'attaque alcaline (A) du minerai BX. La suspension
5 d'aluminate SA issue de l'attaque alcaline (A) est ensuite refroidie et diluée (DI) avec l'eau ED issue du lavage (LVBR) à contre courant des résidus insolubles BR résultant de l'attaque alcaline. Les eaux industrielles EI utilisées pour cette chaîne de lavage sont des eaux brutes, des eaux distillées sodiques ou encore, si l'installation le permet, des eaux de retour de bassin. La suspension sursaturée
10 SS est ensuite versée dans un décanteur (DE) pour séparer ces résidus insolubles BR de la liqueur d'aluminate sursaturée L0.

La fraction L4 prélevée pour désoxalatation dans la liqueur décomposée concentrée L2 représente de préférence 4 à 6 % du volume de ladite liqueur
15 décomposée concentrée L2. L'importance de la fraction à prélever est déterminée par la quantité d'oxalate de sodium qu'il faut éliminer à chaque cycle pour éviter un empoisonnement progressif de la liqueur en oxalate de sodium et tout risque de précipitation intempestive de cet oxalate sur les grains de trihydroxyde d'aluminium lors de la décomposition.

20

Après refroidissement (R) à une température comprise entre 40 et 60°C, la liqueur refroidie L5 dont le seuil de sursaturation critique de la teneur en oxalate de sodium est atteint, voire dépassé, est mise en contact avec de la chaux vive C1 finement divisée dans un premier réacteur agité R1, pour former une
25 suspension homogène S1 de concentration comprise de préférence entre 7 et 9 g de CaO par litre de liqueur L5.

La suspension S1 ainsi formée est transférée dans un second réacteur agité R2 puis un troisième R3. Le temps total de mise en contact chaux vive - liqueur
30 d'aluminate est compris entre 3 et 5 heures. La suspension S3 sortant du

- 10 -

troisième réacteur agité R3 est filtrée. Cette filtration (F), réalisée sur filtre presse est très rapide, de l'ordre de 1,5 m³/heure de suspension par m² de surface filtrante.

- 5 Après filtration et essorage, le gâteau d'insolubles S4 dont la teneur en Na₂O libre est inférieure à 3 % est mélangé aux résidus inertes pour mise en décharge. La liqueur L6, appauvrie en oxalate de sodium avec une concentration comprise entre 0,15 et 0,25 % de carbone oxalique rapporté à la soude caustique est mélangée avec la fraction principale L3 de liqueur non
10 désoxalatée pour former une liqueur alcaline L7 recyclée comme liqueur d'attaque du minerai de bauxite.

- On traite ici 40 m³/h de liqueur industrielle L4 prélevée dans le circuit de liqueur décomposée et concentrée L2 dont le débit est de 1000 m³/h. Cette liqueur
15 provient essentiellement de l'attaque alcaline à 105°C d'une bauxite tropicale à trihydrates. La liqueur L4 prélevée avait la composition suivante:

Na₂O caustique: 205 g/l

Na₂O carbonatée: 24 g/l

Al₂O₃= 120 g/l

- 20 Oxalate de sodium exprimé en Cox (carbone oxalique): 0,88 g Cox/l (soit Cox/Na₂O_{ca} = 0,43% et Cox/Na₂O_{tot}: 0,39%)

- Après refroidissement à 50°C, la liqueur refroidie L5 est mélangée à 320 kg/h de chaux vive pour former une suspension homogène de concentration 8 g
25 CaO/litre et après 3 heures de mise en contact en réacteur agité, la suspension présentant un volume de 40 m³ est filtrée en moins d'une heure sur un filtre de 30 m².

- Après essorage, le gâteau insoluble humide S4 titre 3% de soude libre exprimée
30 en Na₂O et la liqueur L6 est renvoyée dans le circuit Bayer en la mélangeant à

- 11 -

la fraction non prélevée de la liqueur décomposée concentrée L3, représentant un débit de 960 m³/h. La liqueur L6 contient seulement 0,37 g Cox / l (Cox/Na₂O_{ctq} = 0.18%).

- 5 Lors de ce traitement, environ 21 kg/h de carbone oxalique, correspondant à 117 kg/h d'oxalate de sodium cristallisé, est éliminé.

Après essorage, le gâteau insoluble S4 humide imprégné est évacué à raison de 1680 kg/h. L'oxalate précipité entraîne la perte de 108 kg/h de soude exprimée en Na₂O. L'imprégnation contient de la soude liée à l'alumine
10 (environ 30 kg/h), de la soude carbonatée (environ 75 kg/h) et de la soude libre (NaOH) dont la perte, exprimée en terme de Na₂O, est de l'ordre de 55 kg/h. La perte en soude totale est de l'ordre de 270 kg/h.

- 15 L'évacuation des résidus de désoxalatation entraîne donc une perte de:
- ≈320 kg/h de chaux vive
 - ≈270 kg/h de soude totale
 - ≈225 kg/h d'alumine, qu'elle soit insoluble ou qu'elle soit entraînée dans l'imprégnation.

20

Cette évacuation entraîne également la perte des matières humiques qui ont copécipité avec l'oxalate de sodium. Suivant le cycle Bayer, cette perte peut se situer entre 10 et 20 kg/h de matières humiques.

25

- 12 -

Exemple 2 (Figure 2) - Patouillage des résidus de désoxalatation avec un mélange d'eaux brutes et d'eaux distillées sodiques.

La figure 2 montre le traitement de désoxalatation précédent perfectionné par la valorisation des résidus de désoxalatation. Dans cet exemple, le patouillage n'est effectué qu'avec des eaux brutes et des eaux distillées sodiques.

Le gâteau insoluble S4 obtenu par filtration (F) est entraîné avec son imprégnation vers un bac où il est lavé (LVS4) par patouillage avec les eaux distillées sodique EDS à raison de 120 m³/h. Après un temps de séjour de 2 heures, le mélange est ensuite filtré.

Le résidu est essentiellement constitué d'oxalate et de carbonate de calcium. Son imprégnation est très diluée en soude, ce qui entraîne une perte en soude inférieure à 1 kg/h. Son évacuation se fait dans des conditions non agressives vis-à-vis de l'environnement.

Le filtrat EF est mélangé au reste des eaux de lavage. L'eau de la chaîne de lavage El est un peu plus concentrée en soude et en alumine en raison de l'apport de l'eau issue du patouillage. Cette concentration légèrement plus forte est à l'origine de pertes en soude soluble dans la chaîne de lavage un peu plus grandes: de l'ordre de 186 kg /h alors qu'elles s'élevaient à 104 kg/h environ lorsque les eaux de lavage ne suivaient pas le traitement selon l'invention.

25

Le bilan est positif puisque:

- les 270 kg/h de soude totale perdue dans le procédé de l'art antérieur sont récupérés en partie dans le cycle Bayer, la perte globale étant ramenée à 82 kg/h environ.

- 13 -

- les 225 kg/h d'alumine perdus dans le procédé d'origine sont en majeure partie réintroduits dans le cycle Bayer. La perte globale en alumine est ramenée à 42 kg/h environ.

- alors que dans le procédé de l'art antérieur, on perdait - avec l'évacuation
5 de l'imprégnation - 55 kg/h de soude libre, les 320 kg/h de chaux destinés à la désoxalatation ont généré 51 kg/h de soude libre mais l'excès de perte en soude libre au niveau de l'évacuation des résidus insolubles est ici de 50 kg/h: la deuxième utilisation des 320 kg/h de chaux a ainsi permis de récupérer pratiquement la soude libre perdue dans l'art antérieur.

10

Exemple 3 - (Figure 2) Patouillage des résidus de désoxalatation avec des eaux de retour de bassin

15 Dans cet exemple, le patouillage n'est effectué qu'avec des eaux de retour de bassin (ERB).

Ces dernières ont une concentration en soude totale de 1,5 g/l; elles sont fortement carbonatées et sont riches en oxalates. L'introduction de telles eaux
20 dans la chaîne de lavage représente une quantité de 84 kg/h de soude carbonatée et de 0,6 kg/h d'oxalate exprimé en carbone oxalique (Cox). La perte en Na₂O totale soluble au niveau de l'évacuation des résidus insolubles représente alors 202 kg/h, valeur à comparer aux 104 kg/h relatifs à l'emploi d'eaux brutes et d'eaux distillées sodiques de l'exemple précédent.

25

Le gâteau insoluble S4 obtenu par filtration (F) est entraîné avec son imprégnation vers un bac où il est lavé (LVS4) par patouillage avec les eaux de retour de bassin à raison de 120 m³/h. Après un temps de séjour de 2 heures, le mélange est ensuite filtré. Il n'a pas été nécessaire dans ce cas d'effectuer un
30 appoint de calcium C2 pour compléter la décarbonatation.

- 14 -

Le résidu est essentiellement constitué d'oxalate et de carbonate de calcium. Son imprégnation est très diluée en soude, ce qui entraîne une perte en soude inférieure à 1,5 kg/h. Son évacuation se fait dans des conditions non agressives
5 vis-à-vis de l'environnement.

Le filtrat EF est mélangé au reste des eaux de lavage. L'eau de la chaîne de lavage EI est un peu plus concentrée en soude et en alumine en raison de l'apport de l'eau issue du patouillage. Cette concentration légèrement plus
10 forte est à l'origine de pertes en soude soluble dans la chaîne de lavage un peu plus grandes: de l'ordre de 283 kg /h alors qu'elles s'élevaient à 202 kg/h environ lorsque les eaux de lavage ne suivaient pas le traitement selon l'invention.

15 Le bilan est positif puisque:

- les 270 kg/h de soude totale perdue dans le procédé de l'art antérieur sont récupérés en partie dans le cycle Bayer, la perte globale étant ramenée à 81 kg/h environ.
- les 225 kg/h d'alumine perdus dans le procédé d'origine sont réintroduits en
20 majeure partie dans le cycle Bayer. La perte a été réduite à 45 kg/h.
- alors que dans le procédé de l'art antérieur, on perdait - avec l'évacuation de l'imprégnation - 55 kg/h de soude libre, les 320 kg/h de chaux destinés à la désoxalatation ont généré 179 kg/h de soude libre mais l'excès de perte en soude libre au niveau de l'évacuation des résidus insolubles est ici de 51 kg/h:
25 la deuxième utilisation des 320 kg/h de chaux a ainsi occasionné, en plus de la récupération de la soude libre perdue dans l'art antérieur, une génération de 128 kg/h de soude libre.

- 15 -

AVANTAGES DU PROCEDE SELON L'INVENTION

- il permet de réduire les pertes en alumine et en soude, entraînées par le procédé de désoxalatation par ajout de chaux dans la liqueur décomposée concentrée de l'art antérieur
- 5 • le retour de matières humiques dans le cycle Bayer régularise la concentration en matières humiques de la liqueur d'aluminate, ce qui a un effet bénéfique vis-à-vis du risque de précipitation prématurée des oxalates au cours de la décomposition.
- 10 • le procédé permet de soulager le traitement de caustification de la chaîne de lavage lorsqu'on recycle des eaux fortement carbonatées, telles que des eaux de retour de bassin.

- 16 -

REVENDICATIONS

1. Procédé d'élimination de l'oxalate de sodium dans une installation industrielle mettant en oeuvre le procédé Bayer de production d'hydrate d'alumine et utilisant des eaux industrielles, ledit procédé comportant, dans au moins une fraction (L4) de la liqueur d'aluminate Bayer décomposée (L2) prélevée après concentration (V), la précipitation de l'oxalate dissous au moyen d'un agent de déstabilisation à base de chaux (C1) finement divisée puis la séparation (F) des résidus solides de désoxalatation (S4) de la liqueur (L6) recyclée comme liqueur alcaline d'attaque de la bauxite, caractérisé en ce que les résidus de désoxalatation (S4) issus de la séparation sont employés pour décarbonater et désoxalater lesdites eaux industrielles.
2. Procédé de désoxalatation selon la revendication 1 où le traitement desdites eaux industrielles est un patouillage avec les résidus (S4) de désoxalatation de la liqueur d'aluminate (L4).
3. Procédé de désoxalatation selon la revendication 2 où les eaux de patouillage ont une concentration en soude totale inférieure à 10 g/l, de préférence inférieure à 3 g/l.
4. Procédé de désoxalatation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 où le taux d'imprégnation des résidus de désoxalatation de la liqueur d'aluminate est inférieur ou égal à 50 %.
5. Procédé de désoxalatation selon l'une quelconque des revendications 2 à 4 dans lequel ledit patouillage est réalisé entre 40 et 60 °C, de préférence au voisinage de 40°C.

- 17 -

6. Procédé de désoxalatation selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 où lesdites eaux industrielles regroupent des eaux brutes (EB), des eaux provenant du cycle Bayer telles que des eaux distillées sodiques (EDS), et des eaux de retour de bassin (ERB).

5

7. Procédé de désoxalatation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 où lesdites eaux industrielles désoxalatées et décarbonatées (EF) sont dirigées vers la chaîne de lavage des résidus insolubles de la chaîne Bayer (LVBR).

10

8. Procédé de désoxalatation selon l'une quelconque des revendications 2 à 6, où l'on ajoute un flocculant (f0) à l'eau de patouillage, dans le but d'améliorer la décantation des produits solides résultant du patouillage.

15

9. Utilisation des résidus de désoxalatation (S4) d'une liqueur d'aluminate de sodium (L6) d'un circuit Bayer de production d'alumine, lesdits résidus résultant de l'action d'un agent de déstabilisation (C1) à base de chaux finement divisée qui entraîne la précipitation d'oxalate de sodium, caractérisée en ce qu'elle permet de décarbonater et de désoxalater les effluents aqueux ayant une teneur en soude totale inférieure à 10 g Na₂O_{tot}/litre

20

10. Utilisation des résidus de désoxalatation (S4) d'une liqueur d'aluminate de sodium (L6) d'un circuit Bayer de production d'alumine, lesdits résidus résultant de l'action d'un agent de déstabilisation (C1) à base de chaux finement divisée qui entraîne la précipitation d'oxalate de sodium, caractérisée en ce qu'elle permet de générer de l'hydroxyde de sodium dans une eau carbonatée, tel qu'une eau de retour de bassin ou une eau brute additionnée de carbonate de sodium, ayant une teneur en soude totale inférieure à 10 g Na₂O_{tot}/litre

25

30

- 18 -

11. Procédé de décarbonatation et de désoxalatation d'effluents aqueux ayant une teneur en soude totale inférieure à 10 g Na₂O_{tot} / litre caractérisé en ce qu'on utilise lesdits effluents pour laver par patouillage les
5 résidus de désoxalatation (S4) d'une liqueur d'aluminate de sodium (L6) d'un circuit Bayer de production d'alumine, lesdits résidus résultant de l'action d'un agent de déstabilisation (C1) à base de chaux finement divisée ou de produits de réaction de la chaux avec l'aluminate de sodium, tel que l'aluminate tricalcique hexahydraté.

10

- 1 / 2 -

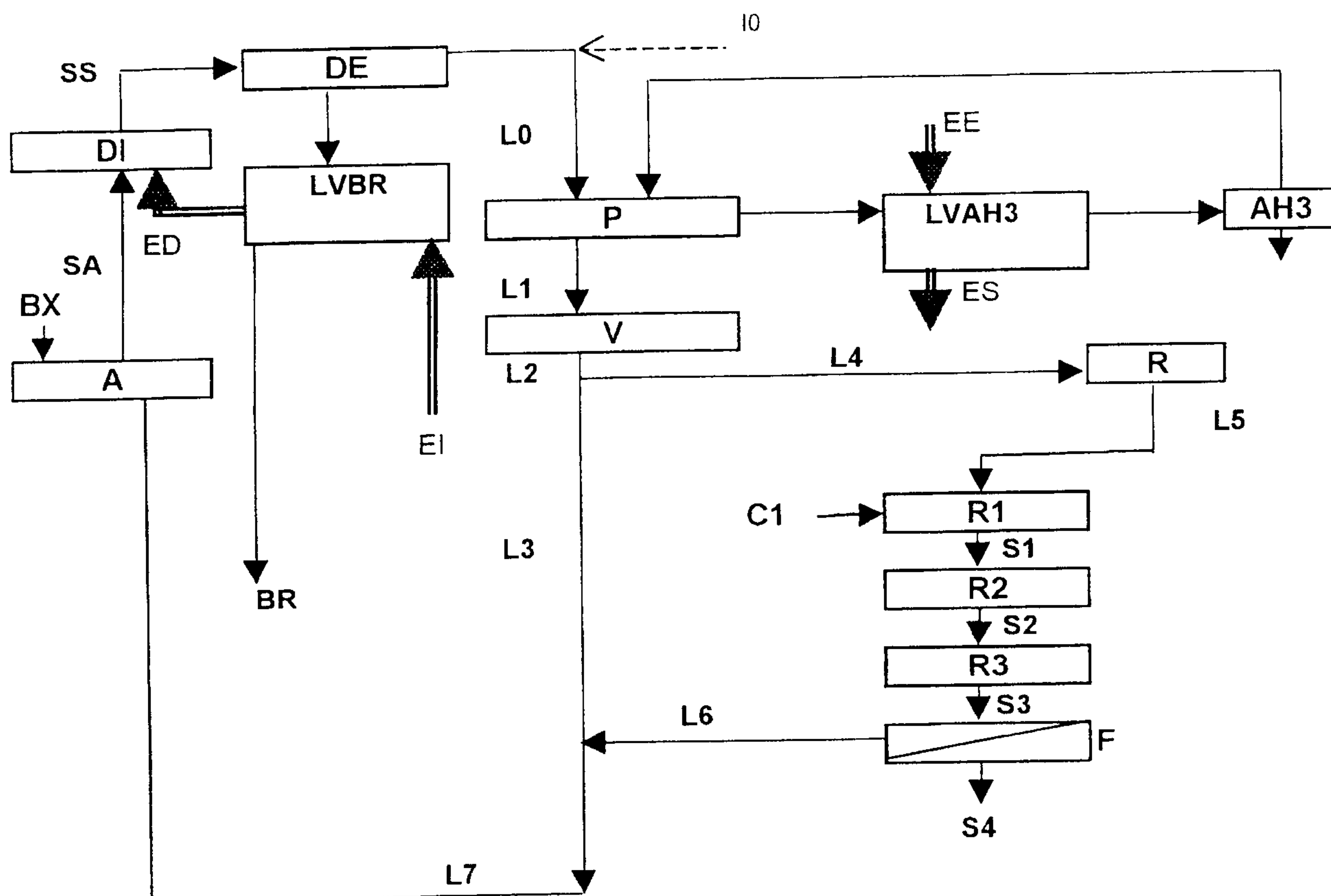


Fig.1

- 2 / 2 -

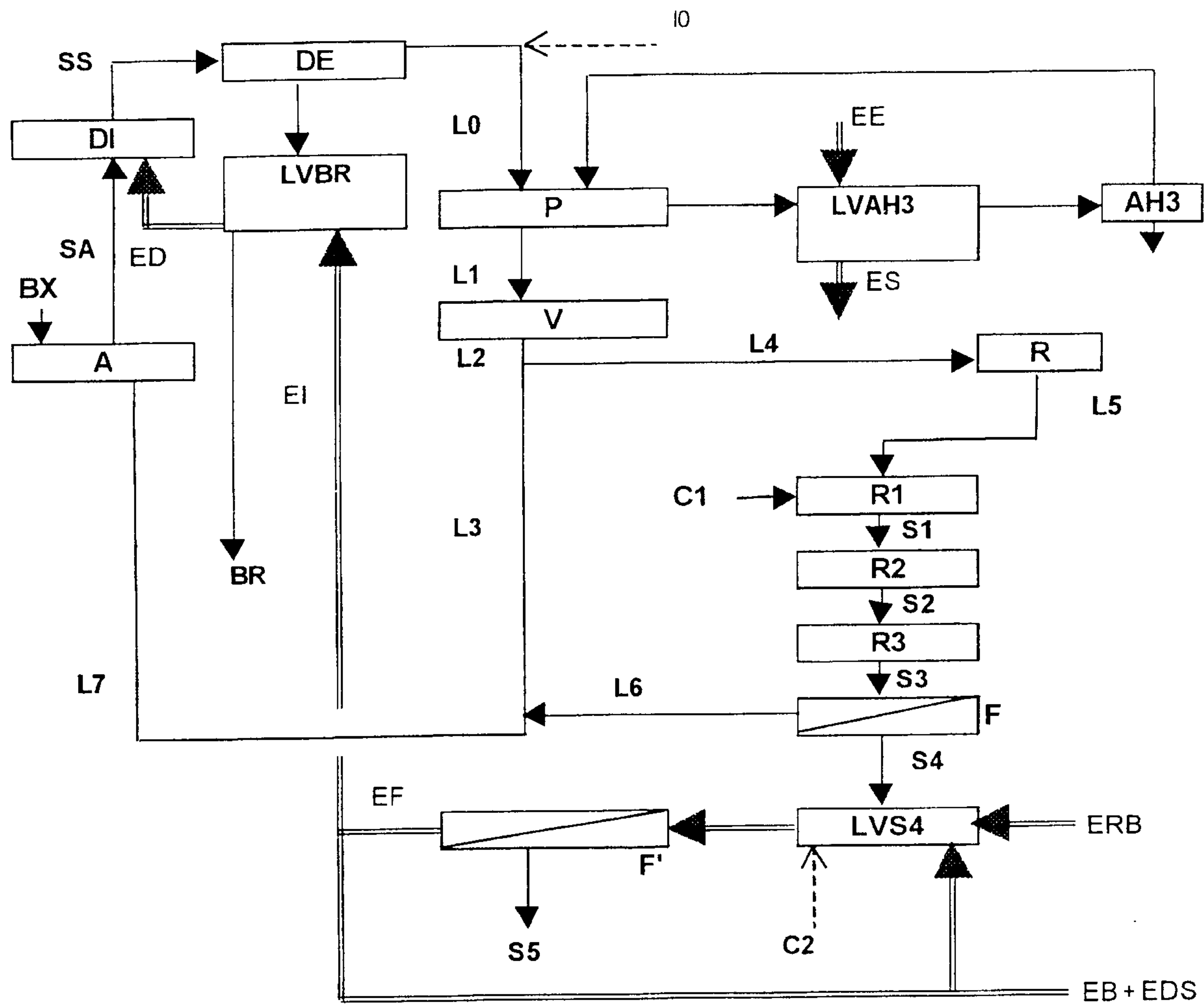


Fig.2

